(19)日本国特許庁(JP)

# (12)公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

## 特開平8-48583

(43)公開日 平成8年(1996)2月20日

(51) Int. Cl. \*

識別記号

FΙ

C04B 38/06

В

B28B 3/02

P

審査請求 未請求 請求項の数8 OL (全3頁)

(21)出願番号

特願平6-188626

(71)出願人 000000527

旭光学工業株式会社

東京都板橋区前野町2丁目36番9号

(22)出願日 平成6年(1994)8月10日

(72) 発明者 小島 聡

東京都板橋区前野町2丁目36番9号 旭光

学工業株式会社内

(74)代理人 弁理士 三浦 邦夫

(54)【発明の名称】多孔質セラミックスの製造方法及び該方法に用いる圧粉体

#### (57) 【要約】

【目的】 強度が高く、切削加工可能で、脱脂炉を必要としない圧粉体及び広い範囲の気孔径及び気孔率の制御が可能で、しかも強度の高い多孔質セラミックスを製造しうる方法を提供すること。

【構成】 セルロース系化合物、キチン系化合物などの 多糖類粒子をセラミックス粉体と混合した後、圧粉体に 成形し、焼成することを特徴とする多孔質セラミックス の製造方法及び多糖類粒子を80重量%以下の量で含む ことを特徴とするセラミックス圧粉体である。

10

#### 【特許請求の範囲】

【請求項1】 多糖類粒子をセラミックス粉体と混合し た後、圧粉体に成形し、焼成することを特徴とする多孔 質セラミックスの製造方法。

【請求項2】 多糖類がセルロース系化合物又はキチン 系化合物である請求項1記載の多孔質セラミックスの製 造方法。

【請求項3】 多糖類粒子を混合粉体全体の80重量% 以下の量で混合する請求項1又は2記載の多孔質セラミ ックスの製造方法。

【請求項4】 多糖類粒子を予め所望の粒径範囲に造粒 ・分級してセラミックス粉末と混合する請求項1、2又 は3記載の多孔質セラミックスの製造方法。

【請求項5】 異なる粒径範囲の多糖類粒子を混合して 用いる請求項4記載の多孔質セラミックスの製造方法。

【請求項6】 多糖類粒子を80重量%以下の量で含む ことを特徴とするセラミックス圧粉体。

【請求項7】 多糖類がセルロース系化合物又はキチン 系化合物である請求項6記載のセラミックス圧粉体。

【請求項8】 多糖類粒子が予め所望の粒径範囲に造粒 20 ・分級されたものである請求項6記載のセラミックス圧 粉体。

#### 【発明の詳細な説明】

[0001]

【産業上の利用分野】本発明は、多孔質セラミックスの 乾式製造方法及びこの方法に用いる圧粉体に関する。

[0002]

【従来技術及びその問題点】多孔質セラミックスを乾式 法で製造する方法としては、セラミックス粉末に熱消失 性物質を混合し、圧粉体を製造し、これを脱脂、焼成す 30 る方法が知られており、熱消失性物質としてはアクリル 樹脂、スチレン樹脂などの有機高分子が用いられている が、これらを用いた場合には熱消失性物質の熱分解によ り有毒ガスや悪臭ガスが発生する。そのため、特別の脱 脂炉を利用して予め有機高分子を除去する必要があっ た。また、気孔率を高めるために有機高分子物質を多量 に添加したり、粒径の大きい有機高分子物質を加えて静 水圧プレスをかけると、ひび割れを生じるという欠点が あった。さらに、熱消失性物質としてナフタリンを混入 体は、脆くて切削加工できないばかりでなく、脱脂が困 難であるという問題点があった。また、ナフタリンには 毒性があるので、作業衛生の点で不都合である。

[0003]

【発明の目的】本発明は、強度が高く、切削加工可能 で、脱脂炉を必要としない圧粉体及び広い範囲の気孔径 及び気孔率の制御が可能で、しかも強度の高い多孔質セ ラミックスを製造しうる方法を提供することを目的とす る。

[0004]

【発明の概要】本発明は、熱消失性物質として多糖類粒 子を用いることによって上記目的を達成したものであ る。すなわち、本発明による多孔質セラミックスの製造

方法は、多糖類粒子をセラミックス粉体と混合した後、 圧粉体に成形し、焼成することを特徴とする。

【0005】本発明において、セラミックス粉末として は、特に制限はなく、様々なものを使用することがで き、例えば、リン酸カルシウム系化合物、アルミナ、ジ ルコニア及びこれらの混合物を使用することができる。 生体材料として有用な多孔質セラミックスを製造する場 合には、生体親和性を有する点でリン酸カルシウム系化 合物、例えばハイドロキシアパタイトなどの各種のアパ タイト、リン酸三カルシウムあるいはこれらの混合物が 好ましい。また、セラミックス原料粉末の粒子径には、 特に制限はないが、約1~100μmであるのが好まし

【0006】本発明方法においては、気孔形成成分とし て多糖類粒子を用いる。多糖類は、圧粉体製造時にはバ インダー効果を発揮し、強度の高い圧粉体を生じ、加熱 により消失し、気孔を形成するが、その際有毒ガスの発 生がなく、悪臭も少なく、作業環境を良好に保つことが できる。このため、脱脂炉などの特別な設備を必要とす ることなく、焼成を行うことができる。

【0007】多糖類としては、セルロース系化合物、例 えば、セルロース、メチルセルロース、又はキチン系化 合物、例えば、キチン、メチルキチンなどを用いること ができる。

【0008】本発明においては、目的物である多孔質セ ラミックスの所望の気孔率に応じて、多糖類粒子とセラ ミックス粉末との混合比を広範囲に変動することがで き、一般には、多糖類粒子を混合粉体全体の80重量% 以下の量で添加する。このように、本発明方法において は、多糖類粒子とセラミックス粉末との混合比を変える ことによりセラミックス材料の気孔率を容易に制御する ことができる。多糖類粒子の量が80重量%を越える と、気孔率が高くなりすぎ、使用に耐え得る強度がでな い。多糖類粒子の添加量は、好ましくは3~70重量 %、より好ましくは5~50 重量%とする。

【0009】上記のような割合で多糖類粒子とセラミッ する方法も知られているが、ナフタリンを混入した圧粉 40 クス原料粉末とを混合した後、得られた粉体混合物を圧 縮成形により圧粉体とする。本発明は、上記のように成 形を乾式で行う。乾式法は、湿式法に比べて操作が簡単 であり、しかも静水圧プレスも利用できることから、セ ラミックス粉体間の密着性が強固となり、高強度化を図 ることができる。

> 【0010】さらに、本発明においては、多糖類粒子を 予め所望の粒径範囲に造粒・分級して用いることにより 気孔径を容易に調節することができる。また、必要に応 じて異なる粒径範囲の多糖類粒子を混合して用いること

50 もでき、この場合には複数のピークを有する気孔径分布

の多孔体が得られる。また、多糖類粒子を球形に造粒し て使用すると、球状の気孔を有する多孔体を得ることが できる。この球状気孔を有する多孔体は、強度に方向性 がない点で優れている。その理由としては、球状の粒子 は、棒状の粒子に比較して一軸成形圧力による配向を起 こさないこと及び球状の気孔は、不定形気孔とは異な り、応力に対してどの方向でも同じ強度を示すことが考 えられる。上記のように、本発明による圧粉体は、高い 強度を有するので、切削加工などを施すことができる。 【0011】上記のようにして製造した圧粉体を加熱 し、焼成すると、多糖類粒子は熱分解し、消失し、気孔 を形成して多孔質セラミックスを生じる。焼成温度は、 使用したセラミックス材料に応じて異なり、一義的には 決定できないが、例えばアパタイトを用いた場合には、 一般に900~1400℃、好ましくは1000~13 00℃の温度で焼成を行う。切削加工などの加工を、焼 成の前又は後に行うことができる。

【0012】本発明方法によって得られる多孔質セラミ ックスは、高い強度を有し、様々な用途に利用され、例 好適に利用されるものである。

#### [0013]

【発明の実施例】次に、実施例により本発明を説明する が、本発明はこれに限定されるものではない。

### 【0014】実施例1

平均粒径約20μmのハイドロキシアパタイト90gと 平均粒径200μmのメチルセルロース10gを混合 し、デルリン製の型で一軸加圧成形した。さらに、静水 圧1 t で加圧し、圧粉体を作製した。この圧粉体から1 0×10×30mmの角柱を切出し、1050℃で4時 間焼成し、多孔質焼結体を得た。この焼結体の気孔率 は、13.78%であり、三点曲げ強度は470kg/ cm'であった。

#### 【0015】実施例2

平均粒径50μmのジルコニア粉体と、予め分級した1 ~100 μ m 及び100~200 μ m の 2 種の粒径のメ チルセルロース粉体を用意し、ジルコニア粉体と、各メ 10 チルセルロース粉体を、それぞれ2:1の重量比で混合 し、圧粉体成形用ゴム型 (150×100×30mm) に300g入れ、ラバープレス圧1tで加圧した。得ら れた圧粉体を100×60×20mmの大きさに切り出 し、1450℃で2時間焼成し、フィルタ用ジルコニア 多孔体を得た。気孔率は、いずれも50%であった。焼 成後の平均気孔径はそれぞれ $80\mu$ m、 $150\mu$ mであ った。

#### [0016]

【発明の効果】本発明によれば、熱消失性物質として多 えば生体材料として人工骨、人工歯根、経皮素子などに 20 糖類を用いているため、焼成時の有毒ガスの発生がほと んどなく、悪臭も少なく、作業者に対する安全性が高 く、脱脂炉などの特別な設備を必要としない。すなわ ち、本発明によれば、作業環境を汚染することなく安価 に効率よく多孔質セラミックスを製造することができ る。また、圧粉体の製造時に多糖類がバインダー効果を 奏するため、加工性が良く、強度の高い圧粉体が得られ